

JP 2004-26680 A 2004.1.29

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-26680

(P2004-26680A)

(43) 公開日 平成16年1月29日 (2004.1.29)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C07F 17/02	C07F 17/02	4H050
C07F 15/00	C07F 15/00 A	4K030
C23C 16/18	C23C 16/18	4M104
H01L 21/28	H01L 21/28 3O1R	
H01L 21/285	H01L 21/285 C	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2002-182395 (P2002-182395)
 (22) 出願日 平成14年6月24日 (2002.6.24)

(71) 出願人 000006264
 三菱マテリアル株式会社
 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
 (74) 代理人 100085372
 弁理士 須田 正義
 (72) 発明者 平社 英之
 茨城県那珂郡那珂町向山1002番地14
 三菱マテリアル株式会社総合研究所那珂
 研究センター内
 (72) 発明者 石川 雅之
 茨城県那珂郡那珂町向山1002番地14
 三菱マテリアル株式会社総合研究所那珂
 研究センター内

最終頁に続く

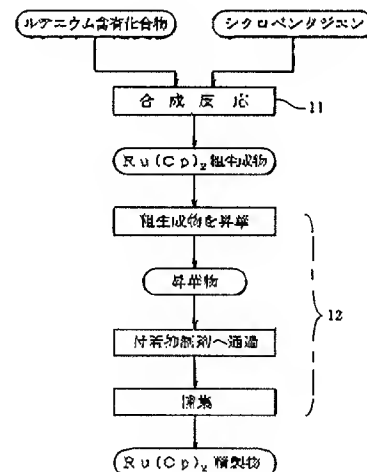
(54) 【発明の名称】 ルテニウム化合物及びその製造方法並びに該化合物により得られたルテニウム含有薄膜

(57) 【要約】

【課題】 固体昇華法を用いた有機金属化学蒸着法により良好な気化特性が得られるルテニウム化合物を提供する。段差塗布性及び表面モフォロジーに優れ、電気的特性の良好なルテニウム含有薄膜を提供する。

【解決手段】 ビス (シクロペンタジエニル) ルテニウム錯体からなるルテニウム化合物であって、この化合物中に含まれるナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量が5 ppm以下であることを特徴とする。

【選択図】 図1



(2)

JP 2004-26680 A 2004.1.29

【特許請求の範囲】

【請求項1】

ビス（シクロペンタジエニル）ルテニウム錯体からなるルテニウム化合物であって、前記化合物中に含まれるナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量が5 ppm以下であることを特徴とするルテニウム化合物。

【請求項2】

ルテニウム含有化合物とシクロペンタジエンを用いてビス（シクロペンタジエニル）ルテニウム錯体の粗生成物を得る工程（11）と、前記得られた粗生成物を昇華させて精製物を捕集する工程（12）とを含むルテニウム化合物の製造方法において、前記昇華及び捕集工程（12）は粗生成物を昇華させた昇華物を捕集する際に、前記昇華物を付着抑制剤中に通過させて前記昇華物中のナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方を除去することを特徴とするルテニウム化合物の製造方法。

【請求項3】

請求項1記載のルテニウム化合物又は請求項2記載の製造方法により得られたルテニウム化合物により成膜されたルテニウム含有薄膜。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機金属化学蒸着（Metal Organic Chemical Vapor Deposition、以下、MOCVDという。）法に適したルテニウム化合物及びその製造方法並びに該化合物により得られたルテニウム含有薄膜に関する。更に詳しくは、固体昇華法を用いたMOCVD法に最適なルテニウム化合物及びその製造方法並びに該化合物により得られたルテニウム含有薄膜に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

パーソナルコンピュータ、ワークステーションのメインメモリとして使われるDRAM（Dynamic Random Access Memory）は高集積化の動きがめまぐるしく、高集積化に対応可能な誘電体材料や電極材料の技術開発が盛んである。誘電体材料に所定の誘電特性を付与するためには、酸化雰囲気下での結晶化熱処理が必須である。誘電体と積層される電極の材質には、従来ポリシリコン、タンゲステン、窒化チタン等が使われてきたが、酸素雰囲気中で高温熱処理を行うと電極が酸化してしまうため、電極の耐熱性に問題があった。そこで高融点で酸素と反応しにくいPtや酸化しても電気伝導性を有するRu、RuO₂、Ir、IrO₂が注目されている。RuやRuO₂を成膜する方法は、現在スパッタ法が広く用いられているが、今後更に進む高集積化に伴って要求される微細加工のためにMOCVD法が検討されている。

【0003】

Ruを用いたMOCVD材料としてはシクロペンタジエン系のビス（シクロペンタジエニル）ルテニウム（以下、Ru(Cp)₂という。）錯体やビスエチルシクロペンタジエニルルテニウム（以下、Ru(EtCp)₂という。）錯体、βジケトン系のトリス2,2,6,6-テトラメチル3,5-ヘプタジオナートルテニウム（以下、Ru(DPM)₃という。）錯体等が用いられている。

このうち、Ru(DPM)₃錯体はRu(Cp)₂錯体やRu(EtCp)₂錯体と比較すると蒸気圧が低いため、MOCVD原料として使用される頻度は低い。またRu(EtCp)₂錯体は室温付近で液体として存在するため、従来の成膜装置を利用でき、また従来のマスフローコントローラによる流量制御が可能であるために、原料供給の安定化が図れるという利点がある。しかし、空気に対して不安定であり、その取扱いが難しい問題点があった。Ru(Cp)₂錯体は、室温付近では固体として存在し、更に有機溶媒に殆ど溶解しないことから成膜室への供給を昇華法に頼らなければならないため、供給量の増加

(3)

JP 2004-26680 A 2004.1.29

と安定性に問題があるが、空気に対して安定であり、取扱いが容易であるという有利な点を有している。

【0004】

$\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体を用いたMOCVD法による成膜についての研究は、Thin Solid Films 287 (1996) P. 74-79 (P. C. Liaoら)、Jpn. J. Appl. Physics. 38 (1999) 2194-2199 (青山ら)、第47回応用物理学会学術講演会講演予稿集P515 (門島ら)、特開2001-234347号公報(元ら)によってそれぞれ報告されている。これらによると固体昇華法を用いたMOCVD法により、 Ru や RuO_2 膜を成膜し、特性の優れた膜を得ている。

【0005】

10

【発明が解決しようとする課題】

しかし、前述した $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体を用いたMOCVD法による成膜についての研究報告は、成膜した Ru や RuO_2 膜の特性及び成膜法を評価することに主眼を置いており、原料である $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体中に含まれる不純物含有量等が成膜に及ぼす影響についての記述はない。

従来の製造方法により得られる $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体にはナトリウムやカリウム等の不純物が少なからず含まれている。本発明者らは、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体中に含まれるこれらの不純物含有量が多い場合、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の気化特性が悪化することを突き止めた。

【0006】

$\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体中に混入している上記不純物がどのような化学的形態をとっているかは不明である。しかしシクロペンタジエン(以下、Cpという。)とナトリウムやカリウムとの化合物であるNaCpやKCpは非常に反応性が高いことが知られていることから、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体中に多くのナトリウムやカリウムが含まれていると、この錯体を加熱保存などを行った場合、NaCpやKCp等の化合物やこれら化合物とRuとの複合物が形成され、更にこの複合物が加熱保存中に変質し、変質物による作用により $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の変質が誘起されるため、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の気化特性が悪化すると考えられる。

20

【0007】

本発明の目的は、固体昇華法を用いたMOCVD法により良好な気化特性が得られるルテニウム化合物を提供することにある。

30

本発明の別の目的は、段差塗布性及び表面モフォロジーに優れ、電気的特性の良好なルテニウム含有薄膜を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

請求項1に係る発明は、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体からなるルテニウム化合物の改良であり、その特徴ある構成は、化合物中に含まれるナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量が5ppm以下であるところにある。

請求項1に係る発明では、化合物中に含まれるナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量を上記数値範囲内とすることにより、ルテニウム含有薄膜形成時において、ナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方とCpとが化合物やこれら化合物とRuとの複合物を形成し難くなるため、この複合物を起因とする $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の気化特性の劣化を抑制できる。

40

【0009】

請求項2に係る発明は、図1に示すように、ルテニウム含有化合物とCpを用いて $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の粗生成物を得る工程11と、得られた粗生成物を昇華させて精製物を捕集する工程12とを含むルテニウム化合物の製造方法の改良である。

その特徴ある構成は、昇華及び捕集工程12が粗生成物を昇華させた昇華物を捕集する際に、昇華物を付着抑制剤中に通過させて昇華物中のナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方を除去するところにある。

【0010】

50

(4)

JP 2004-26680 A 2004.1.29

請求項2に係る発明では、昇華及び捕集工程12で昇華物を付着抑制剤中に通過させることにより、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体中に含まれるナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量を効率的に低減する。

【0011】

請求項3に係る発明は、請求項1記載のルテニウム化合物又は請求項2記載の製造方法により得られたルテニウム化合物により成膜されたルテニウム含有薄膜である。

請求項3に係る発明では、請求項1記載のルテニウム化合物又は請求項2記載の製造方法により得られたルテニウム化合物は、固体昇華法を用いたMOCVD法により良好な気化特性が得られるため、むらのない均一なルテニウム含有薄膜が得られる。従って、得られたルテニウム含有薄膜は段差塗布性及び表面モフォロジーに優れ、電気的特性に優れる。

10

【0012】

【発明の実施の形態】

次に本発明の実施の形態を説明する。

本発明者らは、ルテニウム化合物において、この化合物に含まれる不純物がMOCVD法を用いた成膜に及ぼす影響に関して鋭意検討した結果、ルテニウム化合物に含まれる不純物のうち、ナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量を最適化することによって、適度な成膜速度を実現できることを確認した。

本発明のルテニウム化合物は、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体からなるルテニウム化合物であって、この化合物中のナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量が5ppm以下であることを特徴とする。不純物含有量が5ppmを越えると、気化特性の劣化が生じる。不純物の含有量は0～3ppmが好ましい。より好ましくは0～2ppmである。更に好ましくは0～1.5ppmである。

20

【0013】

次に本発明のルテニウム化合物の製造方法を説明する。

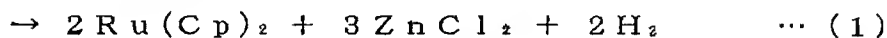
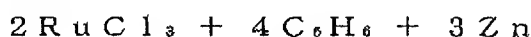
先ず、図1に示すように、ルテニウム含有化合物とCpを用いて $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の粗生成物を得る(工程11)。この工程11では、従来より行われている合成方法を用いて $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の粗生成物を得る。

第1溶媒中に塩化ルテニウム水和物 $\text{RuCl}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ を溶解する。第1溶媒としては、エタノール、イソプロパノール、メタノール等のアルコールが挙げられる。この溶解液にCpを添加し、更に金属亜鉛粉末を添加して次の式(1)に示すような反応を行わせる。

30

【0014】

【化1】



【0015】

反応液を濾過して第1溶媒と溶媒に溶解した塩化亜鉛を取除いた後、ろ別した反応物を第2溶媒に溶解して抽出する。第2溶媒としては、テトラヒドロフラン、ベンゼン、n-ペンタンが挙げられる。抽出液から第2溶媒を除去することにより、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の粗生成物が得られる。

40

【0016】

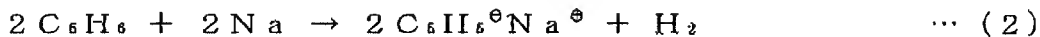
また、Organic synthesis (1961) P96-98に示される方法を用いて $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の粗生成物を合成してもよい。上記文献に記載された方法では、ナトリウムを2ジメトキシエタン中に懸濁させ、この懸濁液にCpを滴下してナトリウムを溶解させる。ここでは次の式(2)に示す反応が起こる。

【0017】

【化2】

(5)

JP 2004-26680 A 2004.1.29



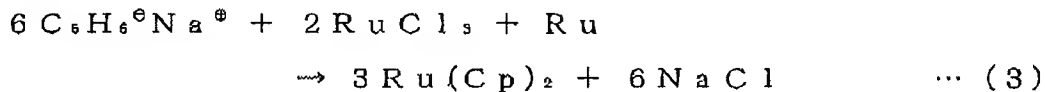
【0018】

Cpとナトリウムとの反応により水素の発生が終了するときには、混合液を還流温度よりも僅かに低い温度に保持する。全てのナトリウムが溶解しない場合には、溶液を室温に冷却し、数mlのCpを加えて、混合液をナトリウムが完全に溶解するまで再度加熱する。式(2)に示す反応を終えた混合液に3塩化ルテニウムと金属ルテニウムとをそれぞれ加え、還流温度より僅かに低い温度に保ち、窒素雰囲気下で加熱撹拌することにより、混合物を反応させる。ここでの反応を次の式(3)に示す。

10

【0019】

【化3】



【0020】

式(3)に示す反応が終了したら、撹拌しながら溶媒をアスピレーターで除去することにより、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の粗生成物が得られる。

20

【0021】

なお、本実施の形態では工程11の粗生成物を得る反応として上記2種類の方法を記載したが、これらの合成方法に規定されるものではない。

【0022】

次いで、得られた粗生成物を昇華させて精製物を捕集する(工程12)。

この工程12では、粗生成物を減圧や加熱することにより昇華させ、この昇華物を捕集して精製する。

【0023】

本発明の特徴ある構成は、この昇華及び捕集工程12が粗生成物を昇華させた昇華物を捕集する際に、昇華物を付着抑制剤中に通過させて昇華物中のナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方を除去することにある。

30

昇華物を捕集する前に、付着抑制剤に通過させて昇華物に含まれるナトリウム、カリウム成分を取除く。昇華物を付着抑制剤へ通過させずに捕集して精製物を得た場合、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体中にはナトリウムやカリウムが本発明で規定した範囲以上の量が含まれているのに対し、付着抑制剤に昇華物を通過させることによって、昇華物中のナトリウム、カリウム含有量を効率的に低減させることができる。付着抑制剤としては、ガラスウール、シリカゲル、アルミナ、活性炭粉等が挙げられる。

【0024】

この工程12は図2に示される装置により行われる。

この装置20は、有底の円筒状の容器21とこの容器を密閉する蓋22を有する。容器の外部にはこの容器を加熱するヒータ23が設けられる。蓋の中心孔22aには二重管構造の精製物捕集管24が貫通して容器の内部に臨むように設けられる。容器21の側壁上部には容器を真空状態にするための吸引口21aが設けられる。精製物捕集管24は外管24aとこの外管中心に内管24bを有し、この内管は外管頂部を貫通して設けられる。蓋の中心孔22aから突出した外管側部には冷却水導入口24cが設けられる。容器内部の外管24aの下端と容器21の内底部との間には付着抑制剤26が設けられる。

40

【0025】

このように構成された装置20により、得られた粗生成物を昇華してその昇華物を捕集する方法について説明する。

先ず容器底部に工程11で得られた $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 粗生成物27を入れる。次いで付着抑

50

(6)

JP 2004-26680 A 2004.1.29

制剤 26 を容器内部に固定し、精製物捕集管 24 付きの蓋 22 で容器 21 を密閉し、容器内部を気密状態にする。吸引口 21a から容器内部の空気を排出して容器を真空状態にするとともにヒータ 23 により容器底部を加熱する。一方、導入口 24c から冷却水を導入して外管 24a 全体を冷却した後、内管 24b 底部から内管 24b を通して排出する。ヒータ 23 の加熱により $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 粗生成物 27 が加熱され、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 粗生成物が昇華する。昇華した $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ は付着抑制剤 26 を通過し、このときに昇華物中のナトリウム、カリウムなどの不純物成分が取除かれる。不純物成分が取除かれた昇華物は冷却水で冷却された外管 24a の外周面に付着し、固体の精製された $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ として捕集される。

【0026】

10

このように上記工程 11 及び工程 12 を経ることにより、本発明のルテニウム化合物であるナトリウム又はカリウムのいずれか一方又はその双方の含有量が 5 ppm 以下である $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体が得られる。

【0027】

図 3 に示すように、固体昇華法を用いた MOCVD 装置は、成膜室 30 を備え、装置全体を加熱装置 31 により覆った構成となっている。成膜室 30 の内部にはヒータ 32 が設けられ、ヒータ 32 上には基板 33 が保持される。この成膜室 30 の内部は圧力計 34 及びニードルバルブ 36 を備える配管 37 により真空引きされる。加熱装置 31 は原料タンク 38 を備え、この原料タンク 38 には常温で固体のナトリウム又はカリウムのいずれか一方又はその双方の含有量が 5 ppm 以下に制御された $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体を貯蔵する。原料タンク 38 にはガス流量調節装置 39 を介してキャリアガス導入管 41 が接続され、また原料タンク 38 には供給管 42 が接続される。供給管 42 にはフィルタ 43、ニードルバルブ 44 及びガス流量調節装置 46 がそれぞれ設けられ、供給管 42 は成膜室 30 に接続される。成膜室 30 にはニードルバルブ 47、ガス流量調節装置 48 を介して酸素ガス導入管 49 が接続される。

20

【0028】

この装置では、加熱装置 31 により原料タンク 38 が約 180℃ に加熱されてタンク 38 内に貯蔵された $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体が徐々に昇華する。キャリアガスが導入管 41 から原料タンク 38 内に導入され、原料タンク 38 内で昇華した $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体を供給管 42 により成膜室 30 に搬送する。キャリアガスとしては、アルゴン、ヘリウム、窒素等が挙げられる。また、酸素ガスが酸素ガス導入管 49 から成膜室 30 内に供給される。成膜室 30 内において、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体の蒸気が酸素とともに熱分解され、生成した Ru 或いは RuO_2 が基板 33 上に堆積する。これにより均一なルテニウム含有薄膜が形成される。

30

【0029】

【実施例】

次に本発明の実施例を比較例とともに詳しく説明する。

<実施例 1>

ガラスウールからなる付着抑制剤を用いて製造したナトリウムの含有量を 1.4 ppm とした $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体をアルゴン雰囲気下でアンプル瓶に封管した。このアンプル瓶を加熱炉で 200℃ に加熱し、そのまま 72 時間保持した。アンプル瓶を加熱炉から取出して、空冷して室温まで戻した。室温に戻したアンプル瓶中のルテニウム化合物を TG-DTA 装置 (MAC-science 社製) により気化特性を測定した。TG-DTA 装置による測定条件を表 1 に示す。

40

【0030】

【表 1】

(7)

JP 2004-26680 A 2004.1.29

温度	25℃～500℃ (昇温速度10℃/min)
圧力	101.3kPa
キャリアガス(Ar)流量	100sccm
測定セル	アルミナ製
測定装置	MAC-science製 TGA-2000

10

【0031】

<実施例2>

ガラスウールからなる付着抑制剤を用いて製造したカリウムの含有量を1.7ppmとした $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体を用いた以外は実施例1と同様にしてTG-DTA装置で気化特性を測定した。

【0032】

<比較例1>

付着抑制剤を用いずに製造したナトリウムの含有量を6.0ppmとした $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体を用いた以外は実施例1と同様にしてTG-DTA装置で気化特性を測定した。 20

<比較例2>

付着抑制剤を用いずに製造したカリウムの含有量を6.3ppmとした $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体を用いた以外は実施例1と同様にしてTG-DTA装置で気化特性を測定した。

【0033】

<比較試験及び評価>

実施例1、2及び比較例1、2で得られたTG-DTA装置による150℃における気化量を表2に示す。

【0034】

【表2】

30

	不純物及びその含有量[ppm]		気化量[wt%]
実施例1	Na	1.4	4.6
〃 2	K	1.7	4.8
比較例1	Na	6.0	8.5
〃 2	K	6.3	7.9

40

【0035】

表2より明らかなように、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体中の不純物含有量が5ppmを越える比較例1及び2は、実施例1及び2よりも150℃における気化量が増加する結果が得られた。 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体は150℃程度の温度では蒸気圧が低く、気化し難い。この温度で気化量が多いということは気化し易い不純物が多いことを意味している。このことから本発明で規定した範囲以上の不純物を含む $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体は、高温保存をした後では、気化特性が悪化することが判った。 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体が気化する温度よりも低温の条件で気化量が多くなるということは、 $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体以外の成分による気化が多く発生していることを意味する。これはMOCVD法により成膜するにあたって、膜の性質に大きな悪影響を与える。これに対して $\text{Ru}(\text{Cp})_2$ 錯体中に含まれる不純物含有量を本発 50

(8)

JP 2004-26680 A 2004.1.29

明で規定した範囲内に制御した実施例1及び2では、その気化量が比較例1及び2より減少している。これはナトリウム、カリウムとCpとで形成される複合物が少なく、この複合物を起因とするRu(Cp)₂錯体の変質が誘起される度合いが小さいため、Ru(Cp)₂錯体の気化特性の劣化が抑制されたと考えられる。

【0036】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明のルテニウム化合物は、Ru(Cp)₂錯体からなる化合物の改良であり、その特徴ある構成は、この化合物中に含まれるナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量が5ppm以下であるところにある。このRu(Cp)₂錯体中に含まれるナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方の含有量を上記範囲内とすることにより、ルテニウム含有薄膜形成時において、ナトリウム又はカリウムのいずれか一方又は双方とCpとが化合物やこれら化合物とRuとの複合物を形成し難くなるため、この複合物を起因とするRu(Cp)₂錯体の気化特性の劣化を抑制できる。また、このように不純物含有量を規定したルテニウム化合物は、固体昇華法を用いたMOCVD法により良好な気化特性が得られるため、むらのない均一なルテニウム含有薄膜が得られる。従って、得られたルテニウム含有薄膜は段差塗布性及び表面モフォロジーに優れ、電気的特性に優れる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のルテニウム化合物の製造方法の各工程を示す図。

【図2】本発明の昇華及び捕集工程において用いられる装置の説明図。

【図3】固体昇華法を用いたMOCVD装置の概略図。

【符号の説明】

- 20 昇華捕集装置
- 21 容器
- 21a 吸引口
- 22 蓋
- 22a 蓋中心孔
- 23 ヒータ
- 24 精製物捕集管
- 24a 外管
- 24b 内管
- 24c 冷却水導入口
- 26 付着抑制剤
- 30 成膜室
- 31 加熱装置
- 32 ヒータ
- 33 基板
- 34 圧力計
- 36 ニードルバルブ
- 37 配管
- 38 原料タンク
- 39 ガス流量調節装置
- 41 キャリアガス導入管
- 42 供給管
- 43 フィルタ
- 44 ニードルバルブ
- 46 ガス流量調節装置
- 47 ニードルバルブ
- 48 ガス流量調節装置
- 49 酸素ガス導入管

10

20

30

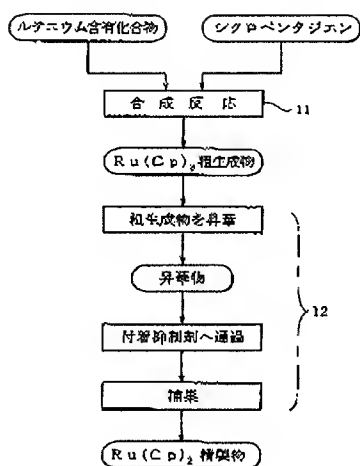
40

50

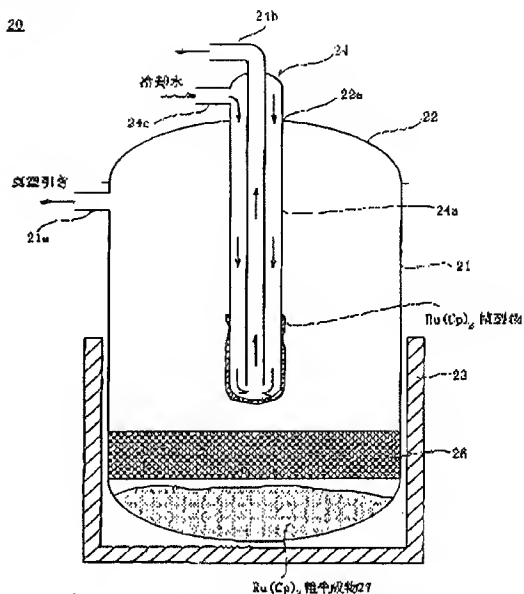
(9)

JP 2004-26680 A 2004. 1. 29

【図 1】

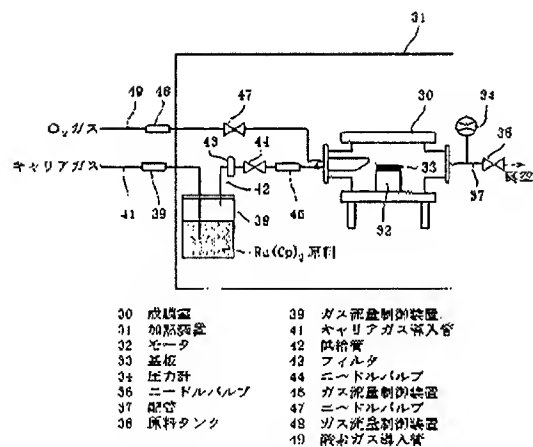


【図 2】



- | | |
|-----------|------------|
| 20 昇華精製装置 | 24 精製物捕集管 |
| 21 容器 | 24a 外管 |
| 21a 吸引口 | 24b 内管 |
| 22 蓋 | 24c 冷却水導入口 |
| 22a 蓋中心孔 | 25 付着抑制剤 |
| 23 ヒータ | |

【図 3】



- | | |
|------------|--------------|
| 30 成膜室 | 39 ガス流量制御装置 |
| 31 加熱装置 | 41 キャリアガス導入管 |
| 32 モータ | 42 供給管 |
| 33 蓋板 | 43 フィルタ |
| 34 圧力計 | 44 ニードルバルブ |
| 35 ニードルバルブ | 45 ガス流量制御装置 |
| 36 配管 | 47 ニードルバルブ |
| 37 原料タンク | 48 ガス流量制御装置 |
| | 49 酸素ガス導入管 |

(10)

JP 2004-26680 A 2004.1.29

フロントページの続き

(72)発明者 柳澤 明男

茨城県那珂郡那珂町向山 1 0 0 2 番地 1 4 三菱マテリアル株式会社総合研究所那珂研究センター
内

(72)発明者 小木 勝実

茨城県那珂郡那珂町向山 1 0 0 2 番地 1 4 三菱マテリアル株式会社総合研究所那珂研究センター
内

Fターム(参考) 4Y050 AA02 AB90 AD10 WB11 WB21

4K030 AA11 BA01 BA35 CA04 LA11 LA15

4M104 BB04 BB36 DD45